SNI 7119-2:2017

Standar Nasional Indonesia

Udara ambien – Bagian 2: Cara uji kadar nitrogen dioksida (NO_2) dengan metode *Griess-Saltzman* menggunakan spektrofotometer

ICS 13.040.20

Badan Standardisasi Nasional

Daftar isi

Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) 7119-2:2017 dengan judul *Udara ambien – Bagian 2 : Cara uji kadar nitrogen dioksida* (NO_2) *dengan metode Griess–Saltzman menggunakan spektrofotometer*, merupakan revisi dari SNI 19-7119.3-2005.

Standar ini dirumuskan dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas udara ambien. SNI ini dapat diterapkan untuk teknik pengujian parameter nitrogen dioksida sebagaimana tercantum dalam peraturan kualitas udara ambien.

Standar ini disusun oleh Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*. Standar ini telah dibahas dan disetujui dalam rapat konsensus nasional di Jakarta, pada tanggal 20 September 2016. Konsensus ini dihadiri oleh para pemangku kepentingan (stakeholder) terkait, yaitu: perwakilan dari produsen, konsumen, pakar, dan pemerintah.

Standar ini telah melalui tahap jajak pendapat pada tanggal 30 Januari 2017 sampai dengan 30 Maret 2017, dengan hasil akhir disetujui menjadi SNI.

Perlu diperhatikan bahwa kemungkinan beberapa unsur dari dokumen standar ini dapat berupa hak paten. Badan Standardisasi Nasional tidak bertanggung jawab untuk pengidentifikasian salah satu atau seluruh hak paten yang ada.

Udara ambien – Bagian 2: Cara uji kadar nitrogen dioksida (NO_2) dengan metode *Griess–Saltzman* menggunakan spektrofotometer

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan nitrogen dioksida di udara ambien dengan metode *Griess-Saltzman* menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm dengan kisaran konsentrasi 4 μg/Nm^3 sampai dengan 500 μg/Nm^3 atau 0,002 ppm sampai dengan 5 ppm udara.

2 Acuan normatif

SNI 19-7119.6*, Udara ambien – Bagian 6: Penentuan lokasi pengambilan contoh uji pemantauan kualitas udara ambien*

3 Istilah dan definisi

Untuk keperluan penggunaan Standar ini, berlaku istilah dan definisi berikut.

3.1
udara ambien
udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

3.2
μg/Nm^3
satuan ini dibaca sebagai mikrogram per normal meter kubik, notasi N menunjukan satuan volume hisap udara dikoreksi pada kondisi normal (25 °C, 760 mmHg)

3.3
fritted bubbler
wadah tempat pengambil contoh uji yang dilengkapi dengan ujung pipa gelas berkaca masir yang berada di dasar labu dengan maksimum porositas 60 μm (mikrometer) yang berguna untuk mengefisiensikan penjerapan gas nitrogen dioksida ke dalam larutan penjerap (Lihat Gambar 1)

3.4
larutan induk
larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

3.5
larutan standar
larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.6
kurva kalibrasi
grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

3.7
larutan penjerap
larutan yang dapat menjerap analit

3.8
pengendalian mutu
suatu kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metode, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Gas nitrogen dioksida dijerap dalam larutan *Griess-Saltzman* sehingga membentuk suatu senyawa *azo dye* berwarna merah muda. Konsentrasi larutan ditentukan segera (kurang dari 1 jam) secara spektrofotometri pada panjang gelombang 550 nm.

4.2 Bahan

a) hablur asam sulfanilat ($H_2NC_6H_4SO_3H$);
b) larutan asam asetat glasial (CH_3COOH pekat);
c) air bebas mineral;
d) natrium nitrit ($NaNO_2$)
e) larutan induk N-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NEDA, $C_{12}H_{16}Cl_2N_2$);
   1) larutkan 0,1 g NEDA dengan air bebas mineral ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian encerkan dengan air bebas mineral sampai tanda tera lalu homogenkan;
   2) larutan tersebut dipindahkan ke dalam botol coklat dan simpan di lemari pendingin.

   CATATAN Larutan ini stabil selama 1 bulan yang disimpan dalam lemari pendingin.

f) aseton (C_3H_6O);
g) larutan penjerap *Griess – Saltzman*;
   1) larutkan 5 g asam sulfanilat anhidrat ($H_2NC_6H_4SO_3H$) atau 5,5 g asam sulfanilatmonohidrat dalam gelas piala 1.000 mL dengan 140 mL asam asetat glasial, aduk secara hati-hati dengan *stirrer* sambil ditambahkan dengan air bebas mineral hingga kurang lebih 800 mL;
   2) pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 1.000 mL;
   3) tambahkan 20 mL larutan induk NEDA, dan 10 mL aseton, tambahkan air bebas mineral hingga tanda tera, lalu homogenkan.

   CATATAN Pembuatan larutan penjerap ini tidak boleh terlalu lama kontak dengan udara. Masukkan larutan penjerap tersebut ke dalam botol berwarna gelap dan simpan dalam lemari pendingin. Larutan ini stabil selama 2 bulan.

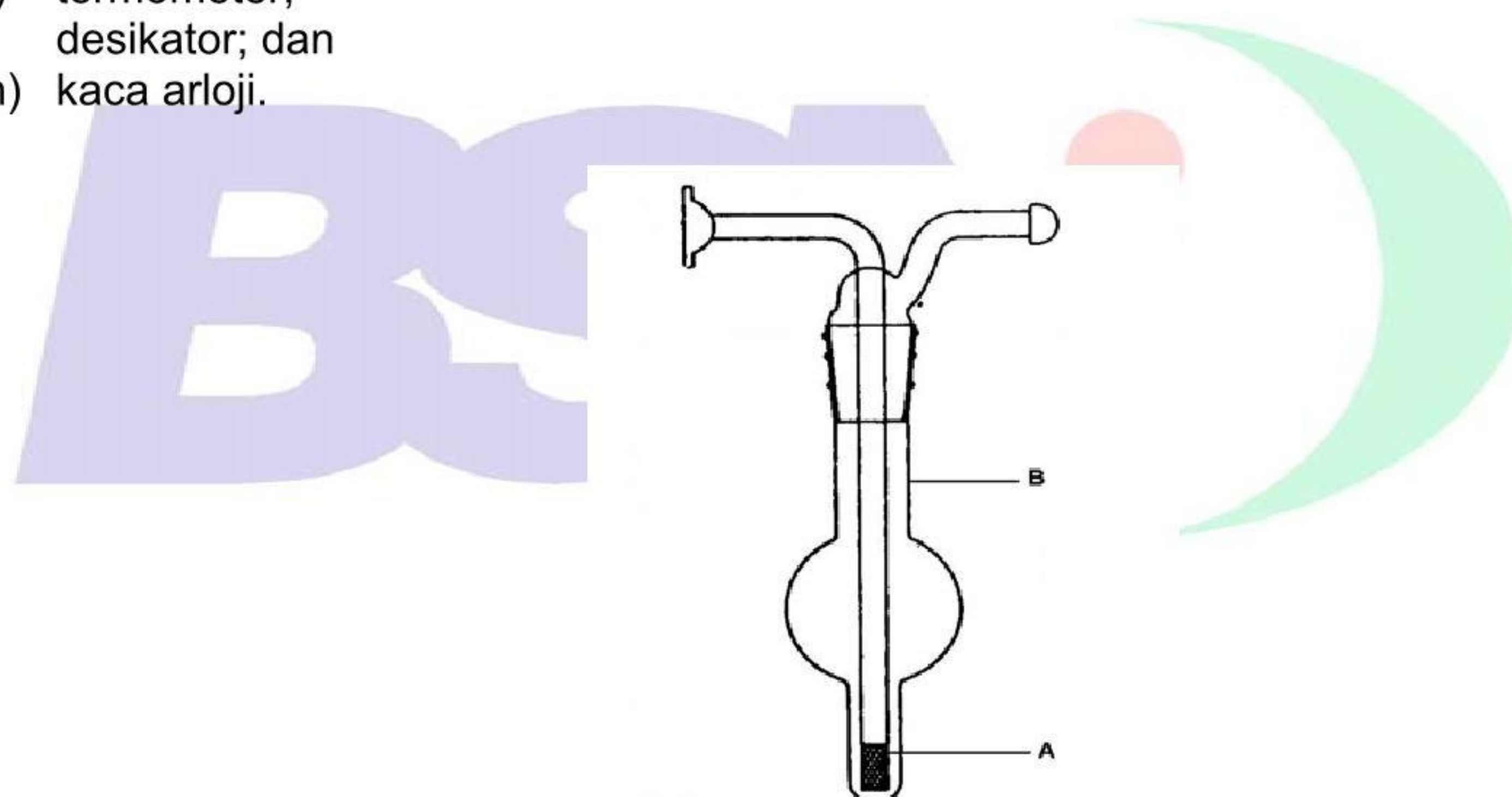
h) larutan induk nitrit (NO_2^-) 2.000 µg/mL;
   1) keringkan natrium nitrit ($NaNO_2$) dalam oven selama 2 jam pada suhu 105 °C, dan dinginkan dalam desikator;
   2) timbang 0,246 g natrium nitrit yang tersebut diatas, kemudian larutkan ke dalam labu ukur 100 mL dengan air bebas mineral, tambahkan air bebas mineral hingga tanda tera, lalu homogenkan;
   3) pindahkan larutan tersebut ke dalam botol gelap dan simpan di lemari pendingin.

CATATAN 1 Larutan ini stabil selama 3 bulan.

CATATAN 2 Dapat digunakan larutan standar nitrit siap pakai yang tersedia secara komersial

a) larutan standar nitrit (NO_2^-) 20 µg/mL.
b) masukkan 10 mL larutan induk natrium nitrit ke dalam labu ukur 1.000 mL, tambahkan air bebas mineral hingga tanda tera, lalu homogenkan.

4.3 Peralatan

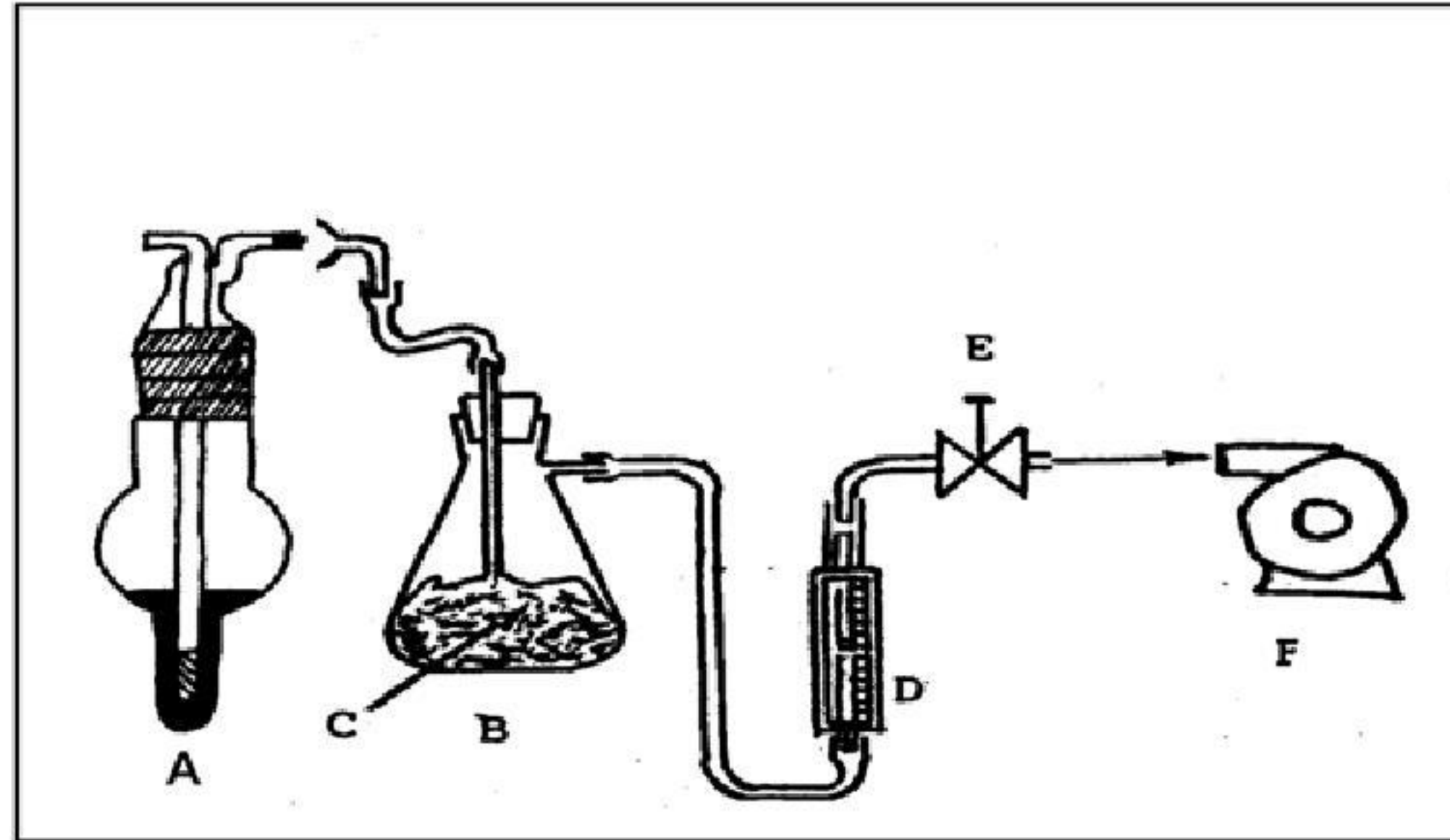
a) peralatan pengambilan contoh uji NO_2 seperti Gambar 2 atau Gambar 3 (setiap unit peralatan disambung dengan selang silikon dan pastikan tidak mengalami kebocoran);
b) labu ukur 25 mL, 100 mL, dan 1.000 mL;
c) pipet mikro atau buret mikro;
d) gelas ukur 100 mL;
e) gelas piala 100 mL, 500 mL dan 1.000 mL;
f) spektrofotometer sinar tampak dilengkapi kuvet;
g) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
h) oven;
i) botol berwarna gelap;
j) barometer;
k) termometer;
l) desikator; dan
m) kaca arloji.

Keterangan gambar:

A adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter porositas 60 µm (mikrometer);
B adalah botol penjerap dengan volume 100 mL.

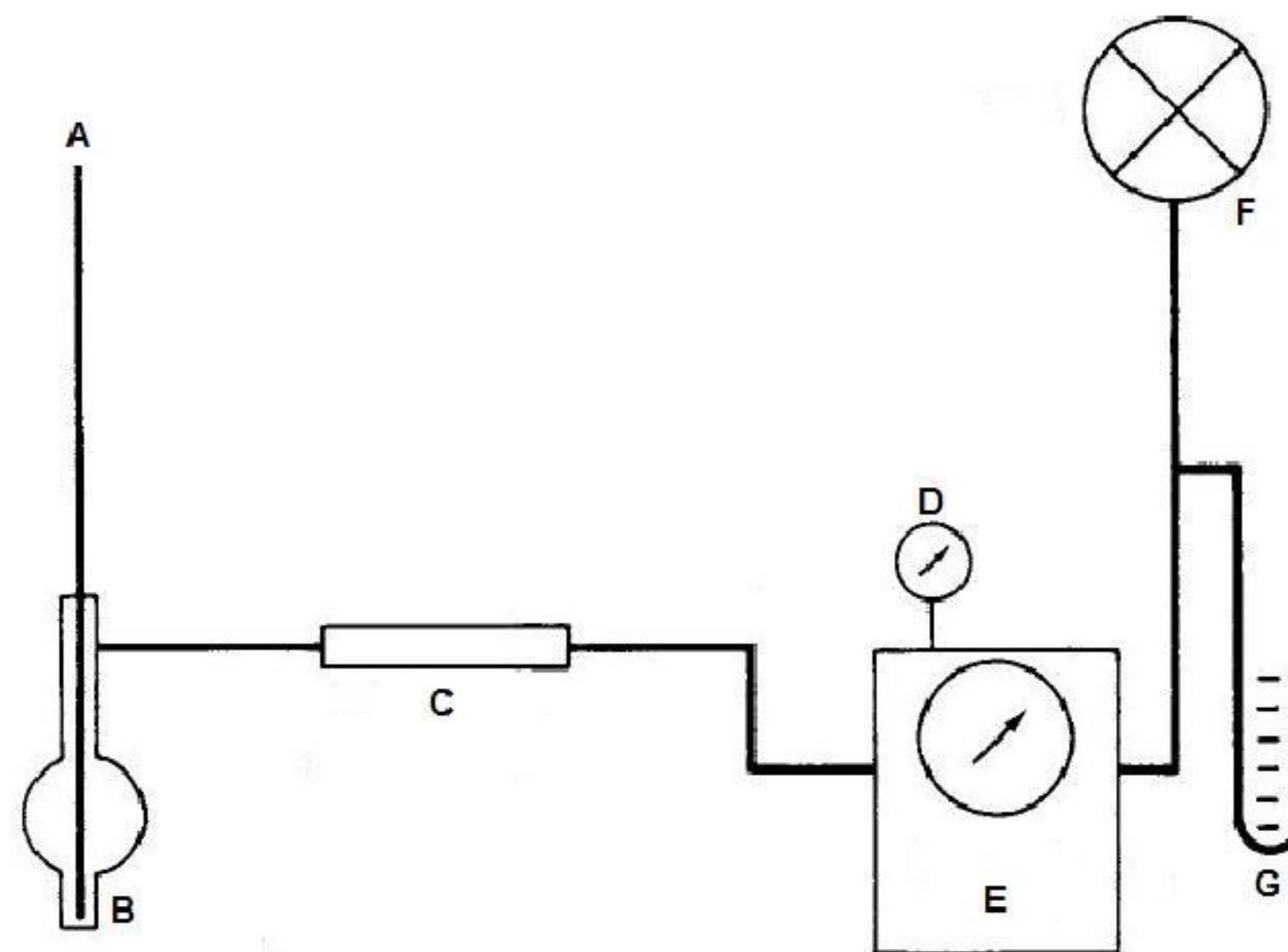
Gambar 1 – Botol penjerap *fritted bubler*

4.4 Pengambilan contoh uji

a) susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada Gambar 2 atau Gambar 3 dan tempatkan pada posisi dan lokasi pengukuran menurut metode penentuan lokasi pengambilan contoh uji pemantauan kualitas udara ambien sesuai SNI 19-7119.6;
b) masukkan larutan penjerap Griess-Saltzman sebanyak 10 mL ke dalam botol penjerap; atur botol penjerap agar terlindung dari hujan dan sinar matahari langsung;
c) hidupkan pompa penghisap udara dan atur kecepatan alir 0,4 L/menit, setelah stabil catat laju alir awal dan pantau laju alir udara sekurang-kurangnya 15 menit sekali;
d) lakukan pengambilan contoh uji selama 1 jam dan catat temperatur dan tekanan udara;

e) setelah 1 jam matikan pompa penghisap;
f) tepatkan volume larutan yang berada di botol penjerap sampai volume tertentu (V_l)
g) lakukan analisis di lapangan segera setelah pengambilan contoh uji (maksimum 1 jam setelah pengambilan contoh uji).

Keterangan gambar:

A adalah botol penjerap (*fritted bubbler*);
B adalah perangkap uap (*mist trap*);
C adalah *desiccant;*
D adalah flow meter yang dapat mengukur laju alir 0,4 L/menit;
E adalah kran pengatur;
F adalah pompa.

Gambar 2 – Rangkaian peralatan pengambil contoh uji NO_2 menggunakan *flow meter*

Keterangan gambar:

A adalah inlet
B adalah botol penjerap (*fritted bubbler*);
C adalah perangkap uap (*mist trap*);
D adalah *temperature gauge*;
E adalah *dry gas meter*;
F adalah pompa;
G adalah manometer.

Gambar 3 – Rangkaian peralatan pengambil contoh uji NO_2 menggunakan *Dry Gas Meter*

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

a) optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat;
b) buat deret larutan kerja dalam labu takar 25 mL dengan 1 (satu) blanko dan minimal 3 (tiga) kadar yang berbeda secara proporsional dan berada pada rentang pengukuran, dimana standar larutan kerja terendah mendekati nilai LoQ (*limit of quantitation*) merupakan limit deteksi metode;
c) tambahkan larutan penjerap sampai tanda tera. Kocok dengan baik dan biarkan selama 15 menit agar pembentukan warna sempurna;
d) ukur serapan masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm;
e) buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah NO_2 (µg).

4.6 Pengujian contoh uji

a) masukkan larutan contoh uji ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, lalu ukur intensitas warna merah muda yang terbentuk pada panjang gelombang 550 nm;
b) baca serapan contoh uji kemudian hitung konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi;
c) lakukan langkah-langkah 4.6 butir a) sampai b) untuk larutan penjerap yang diukur sebagai larutan blanko.

4.7 Perhitungan

4.7.1 Konsentrasi NO_2 dalam larutan standar

Jumlah NO_2 (µg) tiap 1 mL larutan standar yang digunakan dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$NO_2 = \frac{a}{100} \times \frac{46}{69} \times \frac{1}{f} \times \frac{10}{1000} \times 10^6 \quad (1)$$

keterangan:

NO_2	adalah jumlah NO_2 dalam larutan standar $NaNO_2$(µg/mL);
a	adalah berat $NaNO_2$ yang ditimbang(g);
46	adalah berat molekul NO_2;
69	adalah berat molekul $NaNO_2$;
f	adalah faktor yang menunjukkan jumlah mol $NaNO_2$ yang menghasilkan warna yang setara dengan 1 mol NO_2 (nilai f = 0,82);
10/1.000	adalah faktor pengenceran dari larutan induk $NaNO_2$;
10^6	adalah konversi dari gram ke µg.

4.7.2 Volume contoh uji udara yang diambil

$$V = \frac{\sum_{i=1}^{n} Q_i}{n} \times t \times \frac{P_a}{T_a} \times \frac{298}{760} \quad (2)$$

Keterangan:

V	adalah volume udara yang diambil dikoreksi pada kondisi normal 25°C,760 mmHg (Nm3);
Q_i	adalah pencatatan laju alir ke – i (Nm^3/menit);
n	adalah jumlah pencatatan laju alir;
t	adalah durasi pengambilan contoh uji (menit)
P_a	adalah tekanan barometer rata-rata selama pengambilan contoh uji (mmHg);
T_a	adalah temperatur rata-rata selama pengambilan contoh uji dalam Kelvin (K);

298 adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25 °C) ke dalam Kelvin (K);
760 adalah tekanan udara standar (mmHg).

CATATAN Jika menggunakan alat pengukur volume otomatis, catat volume dan konversikan ke volume pada keadaan standar.

4.7.3 Konsentrasi NO_2 di udara ambien

Konsentrasi NO_2 dalam contoh uji dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{b}{V_u} \times \frac{V_l}{25} \times 1.000 \quad (3)$$

Keterangan:

C adalah konsentrasi NO_2 di udara (µg/Nm3);
B adalah jumlah NO_2 dari contoh uji hasil perhitungan dari kurva kalibrasi (µg);
V_u adalah volume udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760mmHg (Nm^3);
V_l adalah volume akhir larutan penjerap (mL);
25 adalah volume larutan standar dalam labu ukur;
1.000 adalah konversi liter ke m^3.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

a) Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a.).
b) Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
c) Gunakan alat ukur laju alir (*flow meter*), termometer, barometer, dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
d) Untuk menghindari terjadinya penguapan yang berlebihan dari larutan penjerap dalam botol penjerap, maka gunakan aluminium foil atau wadah pendingin sebagai pelindung terhadap matahari.
e) Hindari pengambilan contoh uji pada saat hujan.

5.2 Pengendalian mutu

Linearitas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,995 dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

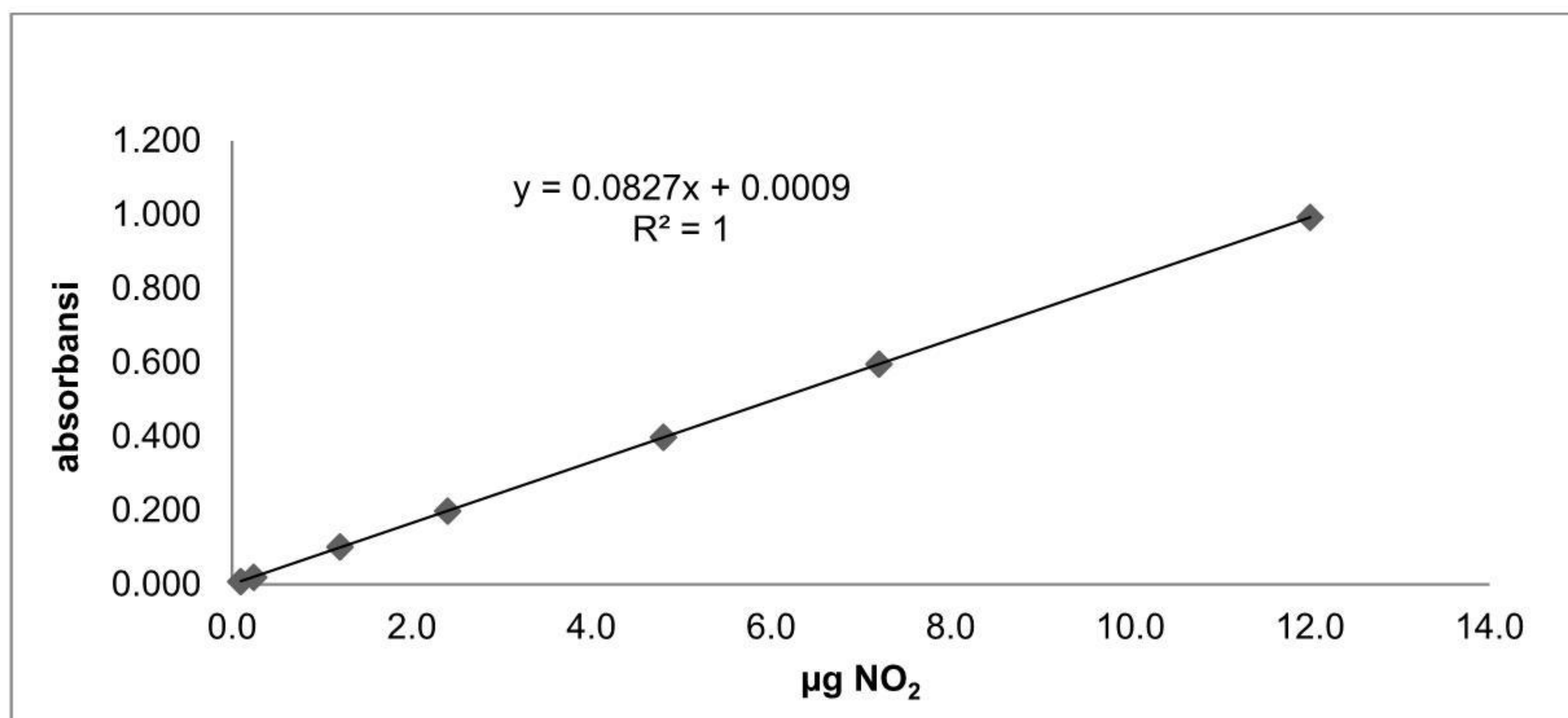
Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja:

1) Parameter yang dianalisis.
2) Nama dan tanda tangan analis.
3) Tanggal analisis.
4) Batas deteksi.
5) Perhitungan.
6) Data pengambilan contoh uji.
7) Hasil pengukuran contoh uji.
8) Kadar NO_2 dalam contoh uji.

Lampiran B
(informatif)
Contoh perhitungan verifikasi metode pengujian NO_2 di udara ambien

B.1 Perhitungan LoD dan LoQ

Tabel B.1.1 – Kurva kalibrasi NO_2

Larutan Standar	Konsentrasi NO_2		Absorbans
	µg/Nm^3	µg NO_2	
Blanko	0	0	0,002
Std-1	4	0,096	0,008
Std-2	10	0,24	0,020
Std-3	50	1,2	0,102
Std-4	100	2,4	0,199
Std-5	200	4,8	0,398
Std-6	300	7,2	0,596
Std-7	500	12,0	0,993
Method Slope			0,0827
Intercept			0,0009
Correlation Determination (R)			1,0000
Correlation Coefficien (r)			1,0000
STEYX			0,0010
Batas keberterimaan			r ≥ 0,995
KESIMPULAN LINEARITAS			Diterima
LOD (larutan)			0,04
LOQ (larutan)			0,12
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Gambar B.1.1 – Kurva kalibrasi NO_2

Tabel B.1.2 – Perhitungan LoD dan LoQ

NO_2 Ambien	Temp	P	Volume Udara		
	(°C)	mmHg	L	Nm^3	($\mu g/Nm^3$)
LOD	25	760	24	0,0240	2
LOQ	25	760	24	0,0240	5
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan					

Syarat keberterimaan:

a) *Intercept* ≤ MDL Estimasi
Intercept/*slope* = 0,0009/0,0827 = 0,010
MDL estimasi = 4/10 x LoQ = 4/10 x 0,096 = 0,038

b) Penentuan P-*value* (ANOVA)
P-*value*/significance F ≤ 0,05 pada tingkat kepercayaan 95 %

Tabel B.1.3 – Perhitungan *significance* F

	df	*SS*	*MS*	*F*	*Significance F*
Regression	1	0,783927495	0,783927495	756336,4159	$3,81514 \times 10^{-14}$
Residual	5	$5,1824 \times 10^{-6}$	$1,03648 \times 10^{-6}$		
Total	6	0,783932677			

Tabel B.1.4 – Perhitungan P-*value*

	Coefficients	*Standard Error*	*t Stat*	*P-value*	*Lower 95 %*	*Upper 95 %*
Intercept	0,000852	0,000540411	1,577134	0,175591014	-0,0005369	0,0022415
X Variable 1	0,082687	$9,50775 \times 10^{-5}$	869,676041	$3,81514 \times 10^{-14}$	0,0824422	0,0829310

Significance F: $3,81514 \times 10^{-14} \leq 0,05$

a) Pengukuran larutan standar tengah
Syarat deviasi 5 % atau $\%R_{CCS}$ = 100 ± 5

Tabel B.1.5 - Pengukuran larutan standar tengah

Larutan Standar	Konsentrasi		Absorbansi	Konsentrasi Hitung (µg)	%Rccs
	(µg)	(µg/Nm3)			
Std-4	2,4	100	0,198	2,3843	99,3

b) Koefisien Determinasi (R^2) ≥ 0,990
R^2: 1 ≥ 0,990

B.2 Pengujian *limit of linearity*

Tabel B.2.1 - Pengujian *limit of linearity*

μg NO_2	abs1	abs2	abs3	abs4	abs5	abs6	abs7	abs8	abs9	abs10	SD
0,096	0,0089	0,007	0,009	0,007	0,011	0,007	0,007	0,007	0,008	0,074	0,0209
12	0,978	1,003	0,997	0,962	0,937	1,008	0,955	0,987	0,988	0,991	0,0227
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan											

$F_{hitung} = SD_1^2 / SD_2^2$, dimana $SD_1 > SD_2$
$F_{hitung} = 0,85$
F_{tabel} (0,01, 9, 9) = 5,35
$F_{hitung} < F_{tabel}$, diterima

B.3 Reprodusibilitas kadar rendah, tengah dan tinggi serta penentuan akurasi dan Presisi melalui Kurva Kalibrasi

Tabel B.3.1 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 10 μg/Nm^3

Pengulangan Pengujian standar	Abs	Kons (μg)	%R
std - 0,2 μg	0,017	0,20	97,6
std - 0,2 μg	0,018	0,20	102,5
std - 0,2 μg	0,017	0,20	97,6
std - 0,2 μg	0,018	0,21	104,3
std - 0,2 μg	0,017	0,20	98,9
std - 0,2 μg	0,016	0,18	91,6
std - 0,2 μg	0,019	0,22	109,7
Rerata		0,20	100,3
Standar Deviasi (SD)		0,01	
%RSD		5,8	
Nilai Horwitz		20,4	
Batas Keberterimaan			
0,5 x Nilai Horwitz		10,2	
RSD < 0,5 nilai Horwitz		5,8 < 10,2	
Horrat		0,3	
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Tabel B.3.2 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 100 µg/Nm³

Pengulangan Pengujian standar	Abs	Kons (µg)	%R
std - 2,4 µg	0,201	2,42	101,0
std - 2,4 µg	0,212	2,55	106,1
std - 2,4 µg	0,193	2,32	96,8
std - 2,4 µg	0,199	2,40	99,8
std - 2,4 µg	0,212	2,56	106,5
std - 2,4 µg	0,207	2,49	103,9
std - 2,4 µg	0,189	2,28	94,8
Rerata		2,43	101,3
Standar Deviasi (SD)	0,11		
%RSD	4,4		
Nilai Horwitz	14,0		
Batas Keberterimaan			
0,5 x Nilai Horwitz	7,0		
RSD < 0,5 nilai Horwitz	4,4 < 7,0		
Horrat	0,3		
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Tabel B.3.3 – Penentuan reprodusibilitas pada larutan standar 400 µg/Nm³

Pengulangan Pengujian standar	Abs	Kons (µg)	%R
std - 9.6 µg	0,815	9,85	102,6
std - 9.6 µg	0,810	9,79	101,9
std - 9.6 µg	0,799	9,65	100,5
std - 9.6 µg	0,792	9,57	99,7
std - 9.6 µg	0,789	9,53	99,3
std - 9.6 µg	0,801	9,68	100,8
std - 9.6 µg	0,739	8,93	93,0
Rerata		9,57	99,7
Standar Deviasi (SD)		0,30	
%RSD		3,2	
Nilai Horwitz		11,4	
Batas Keberterimaan			
0,5 x Nilai Horwitz		5,7	
RSD < 0,5 nilai Horwitz		3,2 < 5,7	
Horrat		0,3	
CATATAN Sumber P3KLL – Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan			

Bibliografi

[1] Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 41 tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara.

[2] Lodge, James, 1986, *Methods of Air Sampling and Analysis*, Third edition, APHA. Washington. p 389.

[3] Anonim, 1994*, ISO Standar Compaendium, Environment Air Quality*, First Edition.

[4] ASTM D 1607-91 (2011), *Test method for nitrogen dioxide content of the atmosphere (Griess-Saltzman Reaction)*

Informasi pendukung terkait perumus standar

[1] Komtek perumus SNI
Komite Teknis 13-03 *Kualitas Lingkungan*

[2] Susunan keanggotaan Komtek perumus SNI

Ketua : Noer Adi Wardojo
Wakil Ketua Giri Darminto
Sekretaris : Diah Wati Agustayani
Anggota :
1. Anwar Hadi
2. Ardeniswan
3. Henggar Hardiani
4. Muhamad Farid Sidik
5. M.S. Belgientie TRO
6. Noor Rachmaniah
7. Oges Susetio
8. Sri Bimo Andy Putro
9. Sunardi
10. Oges Susetio

[3] Konseptor rancangan SNI
1. Puji Purwanti
2. Retno Puji Lestari
3. Ricky Nelson
4. Pusat Penelitian dan Pengembangan Kualitas dan Laboratorium Lingkungan - Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan

[4] Sekretariat pengelola Komtek perumus SNI
Pusat Standardisasi Lingkungan dan Kehutanan
Sekretariat Jenderal Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan
Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan